RÈGLEMENT (CEE) N° 618/72 DE LA COMMISSION

du 29 mars 1972

relatif aux caractéristiques des huiles d'olive ainsi que de certains produits contenant de l'huile d'olive

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement n° 136/66/CEE du Conseil, du 22 septembre 1966, portant établissement d'une organisation commune des marchés dans le secteur des matières grasses (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2727/71 (2), et notamment son article 18 paragraphe 3,

vu le règlement (CEE) n° 443/72 du Conseil, du 29 février 1972, relatif aux prélèvements applicables à l'huile d'olive ayant subi un processus de raffinage, ainsi qu'à certains produits contenant de l'huile d'olive (3), et notamment son article 8,

vu le règlement n° 162/66/CEE du Conseil, du 27 octobre 1966, relatif aux échanges de matières grasses entre la Communauté et la Grèce (4), et notamment son article 4 paragraphe 2, son article 5 paragraphe 3 et son article 9,

considérant que les restitutions à l'exportation d'huile d'olive peuvent être fixées à des niveaux différents selon les divers types d'huiles ; qu'il y a lieu à cet effet de distinguer ces huiles selon leurs caractéristiques chimiques ;

considérant que le règlement (CEE) n° 443/72 prévoit des prélèvements différents pour les huiles d'olive obtenues par raffinage d'huile d'olive vierge et pour les huiles de grignons d'olive ayant subi un processus de raffinage, qu'il y a lieu de distinguer ces huiles selon leurs caractéristiques chimiques ;

considérant que la nomenclature tarifaire résultant de l'application du présent règlement est reprise dans le tarif douanier commun ;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du Comité de gestion des matières grasses,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

1. Est seule considérée comme huile d'olive, au sens de la sous-position 15.07 A, du tarif douanier commun, l'huile provenant exclusivement du traitement des olives, à l'exclusion de l'huile d'olive re-estérifiée et de tout mélange d'huile d'olive avec des huiles d'une autre nature.

2. Relèvent des sous-positions 15.07 A I a) et 15.07 A I b) du tarif douaniert commun les huiles qui ont les caractéristiques reprises à l'annexe I.

3. Relèvent de la sous-position 15.17 A du tarif douanier commun les produits de la position 15.17 autres que ceux définis à l'annexe II.

4. Aux fins de l'octroi de la restitution à l'exportation, relèvent des sous-positions 15.07 A II (a) et 15.07 A II (b) visées à l'article 2 du règlement (CEE) n° 616/72 (5), les huiles qui ont les caractéristiques reprises à l'annexe I.

Article 2

Dans le tarif douanier commun la note complémentaire au chapitre 15 est remplacée par le texte repris à l'annexe III.

(1) JO n° 172 du 30. 9. 1966, p. 3025/66.
(2) JO n° L 282 du 23. 12. 1971, p. 8.
(3) JO n° L 54 du 3. 3. 1972, p. 3.
(4) JO n° 197 du 29. 10. 1966, p. 3393/66.

(5) Voir p. 1 du présent Journal officiel.

Article 3

Le présent règlement entre en vigueur le 1er avril 1972.

Le règlement n° 177/66/CEE de la Commission, du 7 novembre 1966, relatif à la distinction entre les différentes huiles d'olive ayant subi un processus de raffinage (1), est abrogé.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 29 mars 1972.

Par la Commission
Le président
S. L. MANSHOLT

(1) JO n° 203 du 8. 11. 1966, p. 3491/66.

ANNEXE I

Caractéristiques des huiles d'olive des sous-positions 15.07 A I a), 15.07 A I b), 15.07 A II (a) et (b)

1. Relève de la sous-position 15.07 A I a), l'huile d'olive présentant les caractéristiques suivantes:

   a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, de 3 % au maximum;

   b) un coefficient d'extinction K_{270} (absorbance sous une épaisseur de 1 cm d'une solution à 1 gr d'huile pour 100 ml dans l'isooctane (2,2,4-triméthylpentane) pour la longueur d'onde de 270 nm), supérieur à 0,25 et non supérieur à 1,10 et, après traitement de l'échantillon d'huile sur alumine activée, supérieur à 0,11;

   c) une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm, supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16.

      Cette variation est définie par:

      $$\Delta K = K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$$

      K_m désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nm.

      K_{m-4} et K_{m+4} désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieures et supérieures de 4 nm à celle de K_m.

   d) absence de réaction positive de l'huile de grignons.

2. Relève de la sous-position 15.07 A I b) l'huile d'olive qui présente:

   a) soit les caractéristiques visées au point 1 sous a) à c) et une réaction positive de l'huile de grignons;

   b) soit les caractéristiques visées au point 1 sous a) et un coefficient d'extinction K_{270} supérieur à 1,10 et non supérieur à 2,00 ainsi qu'une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm non supérieur à 0,20.

3. Relève de la sous-position 15.07 A II (a) l'huile d'olive présentant les caractéristiques suivantes:

   a) un coefficient d'extinction K_{270}, après traitement de l'échantillon d'huile sur alumine activée, non supérieur à 0,11.

      Exceptionnellement certaines huiles à forte acidité peuvent avoir, après passage sur alumine activée, un coefficient d'extinction K_{270} supérieur à 0,11. Dans ce cas, après neutralisation et décoloration effectuées en laboratoire, elles doivent avoir les caractéristiques des huiles visées au point 1;

   b) une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm non supérieur à 0,01;

   c) absence de réaction positive de l'huile de grignons.

4. Relève de la sous-position 15.07 A II (b) l'huile d'olive présentant les caractéristiques suivantes:

   a) une teneur en acides gras libres exprimée en acide oléique supérieure à 3 % et

   b) une réaction positive de l'huile de grignons ou bien, après neutralisation et décoloration effectuées en laboratoire, les caractéristiques des huiles visées au point 2 sous b).

MÉTHODE D'ANALYSE

I. TRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON PAR L'ALUMINE ACTIVÉE

1. Introduire 30 g d'alumine basique, obtenue selon le procédé décrit au paragraphe 2, dans une colonne à chromatographie de 35 mm environ de diamètre et de 450 mm de longueur, munie d'un tube d'écoulement de 10 mm environ de diamètre.

Tasser mécaniquement l'alumine, en laissant tomber doucement la colonne maintenue verticale, de façon répétée, sur une surface de bois. Introduire dans la colonne ainsi préparée 100 ml d'une solution à 10 % d'huile dans l'hexane.

Recueillir l'éluat et évaporer le solvant sous vide à une température inférieure à 25 °C.

Sur l'huile ainsi obtenue, la détermination du coefficient d'extinction à 270 nm doit être faite immédiatement.

2. On obtient l'alumine basique d'activité Brockmann I (0 % d'eau) en chauffant pendant 3 heures à 380-400 °C de l'alumine basique (pour chromatographie) de granulométrie comprise entre 30 µm et 130 µm (80 µm de moyenne). A 100 g de ce produit ajouter 5 ml d'eau distillée pour obtenir de l'alumine basique d'une activité Brockmann comprise entre II et III. Agiter fréquemment et laisser reposer une nuit dans un récipient hermétiquement fermé.

Vérification de l'activité de l'alumine:

Introduire 30 g d'alumine basique (obtenue de la manière indiquée ci-dessus) dans une colonne pour chromatographie de 35 mm environ de diamètre et de 450 mm de longueur, faire passer à travers cette colonne, dans les conditions spécifiées par la méthode, un mélange de 95 % d'huile d'olive vierge ayant un coefficient d'extinction K_{270} inférieur à 0,18 et de 5 % d'une huile d'arachide traitée lors de son raffinage par les terres décolorantes et ayant un coefficient d'extinction K_{270} non inférieur à 4. Si le mélange présente un coefficient d'extinction supérieur à 0,11, l'alumine est acceptable. Si l'élution des triènes conjugués sur cette alumine ne s'est pas produite, il faut utiliser une alumine plus hydratée, après avoir vérifié si elle satisfait aux exigences du test précédent.

II. RÉACTION DE L'HUILE DE GRIGNONS

1. **Appareillage:**

— ballon de 100 ml, muni d'un réfrigérant à reflux;

— pipette de 5 ml graduée en dixième;

— système chauffant permettant d'atteindre la température de 80 °C environ;

— thermomètre de 15 à 60 °C.

2. **Réactifs:**

— solution hydro-alcoolique de potasse (42,5 g de KOH dissous dans 72 ml d'eau distillée, le volume étant complété à 500 ml avec de l'alcool éthylique à 95°);

— solution d'alcool éthylique, titrant 70°;

— solution aqueuse d'acide acétique 1+2 (en volume), ajustée de façon que 1,5 ml neutralisent exactement 5 ml de la solution hydro-alcoolique d'hydroxyde de potassium en présence de phénolpthaléine.

3. **Préparation de l'échantillon:**

L'huile est privée d'eau par décantation et filtration sur papier effectuées à une température légèrement supérieure au point de fusion de certains constituants concrets qui auraient pu se séparer de la matière grasse fluide.

4. **Mode opératoire:**

Introduire dans le ballon 1 ml environ d'huile préparée comme indiqué au paragraphe 3. Ajouter 5 ml de solution hydro-alcoolique de potasse. Adapter le réfrigérant à reflux et porter à ébullition pendant 10 minutes en agitant de temps en temps. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter 1,5 ml de solution aqueuse d'acide acétique et 50 ml de solution d'alcool éthylique, préalablement amenée à la température de 50 °C. Mélanger par agitation, introduire le thermomètre et laisser refroidir, en observant l'aspect de la solution dès qu'elle atteint la température de 45 °C. Si un précipité floconneux se forme à une température supérieure à 40 °C, la réaction est positive. En l'absence d'un précipité floconneux caractérisé, maintenir le liquide à température ambiante, qui doit être comprise entre 20 ° et 22 °C, pendant au moins 24 heures et si nécessaire pendant 48 heures. Observer à nouveau la solution: la formation d'un précipité floconneux en suspension au milieu du liquide indique également que la réaction est positive.

III. NEUTRALISATION ET DÉCOLORATION DE L'HUILE D'OLIVE EN LABORATOIRE

A. Neutralisation de l'huile

1. **Appareillage:**

— bécher de 300 ml de forme haute;

— centrifugeuse de laboratoire avec tubes de 100 ml;

— bécher de 250 ml;

— ballons de 100 ml;

— ampoule à décanter d'un litre.

2. **Réactifs:**

— solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à 12 %;

— solution éthanolique à 1 % de phénolphtaléine;

— hexane pur pour analyse;

— alcool isopropylique pur pour analyse.

3. **Mode opératoire:**

a) Huiles d'acidité exprimée en acide oléique inférieure à 30 %

Introduire dans un bécher de 300 ml de forme haute, 50 g d'huile brute et chauffer à 65 °C au bain-marie. En agitant lentement, ajouter une quantité de solution d'hydroxyde de sodium à 12 % correspondant à l'acidité libre de l'huile, avec un excès de 5 %. Continuer à agiter pendant 5 minutes, en maintenant la température 65 °C.

Transférer le tout dans des tubes à centrifuger de 100 ml, séparer la pâte savonneuse par centrifugation. Verser l'huile décantée dans un bécher de 250 ml et laver avec 50-60 ml d'eau distillée bouillante tout en éliminant la couche aqueuse à l'aide d'un siphon. Répéter les lavages jusqu'à élimination complète des traces de savon résiduel (disparition de la coloration rose à la phénolphtaléine).

Centrifuger l'huile pour éliminer les petites quantités d'eau résiduelle.

b) Huiles d'acidité exprimée en acide oléique supérieure à 30 %

Dans une ampoule à décanter d'un litre, introduire 50 g d'huile brute, 200 ml d'hexane, 100 ml d'alcool isopropylique et une quantité de solution d'hydroxyde de sodium à 12 % correspondant à l'acidité libre de l'huile, avec un excès de 0,3 %. Agiter énergiquement pendant 1 minute. Ajouter 100 ml d'eau distillée, agiter de nouveau et laisser reposer.

Après séparation des couches, laisser s'écouler la couche inférieure contenant les savons. Entre les deux couches (huileuse au-dessus et aqueuse au-dessous) se forme souvent une couche intermédiaire constituée de mucilages et de substances insolubles qui doit également être éliminée.

Procéder ensuite au lavage de la solution hexanique d'huile neutre avec des portions de 50-60 ml d'une solution d'alcool isopropylique/eau distillée 1:1 (v/v) jusqu'à disparition de la coloration rose à la phénolphtaléine. Procéder ensuite à l'élimination complète de l'hexane par distillation sous vide (par exemple à l'évaporateur rotatif).

B. Décoloration de l'huile neutralisée

1. **Appareillage:**

— ballon de 250 ml à 3 cols rodés permettant d'insérer:

a) un thermomètre gradué en degrés et permettant de faire des lectures à 90 °C;

b) un agitateur mécanique tournant à 250-300 tours/minute équipé pour le fonctionnement sous vide;

c) un raccord vers la pompe à vide.

— pompe à vide, munie d'un manomètre, capable de donner des pressions résiduelles de 15-30 millibars.

2. **Mode opératoire:**

Peser dans le ballon à 3 cols 100 g environ de l'huile neutralisée. Insérer le thermomètre et l'agitateur, relier à la pompe à vide et chauffer jusqu'à 90 °C en agitant.

Maintenir cette température, toujours sous agitation, jusqu'à ce que l'huile à analyser soit totalement débarrassée de son humidité (30 minutes environ).

Interrompre alors le vide et ajouter 2 à 3 g de terre activée. Rétablir le vide jusqu'à obtention d'une pression résiduelle de 15-30 millibars et, toujours à la température de 90 °C, agiter pendant 30 minutes à 250 tours/minute environ.

Filtrer ensuite à chaud dans une étuve thermostatique (50-60 °C).

ANNEXE II

Produits de la position 15.17 A

Sont exclus de la position 15.17 A:

a) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode déterminé selon la méthode de Wijs sans catalyseur, est inférieur à 70 ou supérieur à 100;

b) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode est compris entre 70 et 100 mais dont la surface du pic ayant le volume de rétention du bêta-sitostérol, déterminée conformément aux dispositions de la note suivante, représente moins de 93 % de la surface totale des pics des stérols.

ANALYSE DE LA FRACTION STÉROLIQUE DES CORPS GRAS

Analyse par chromatographie en phase gazeuse des stérols préparés par chromatographie sur couches minces à partir de l'insaponifiable séché avec précaution au bain-marie.

Appareillage:

1. Appareillage pour la chromatographie sur couche mince, comprenant en particulier 4 plaques de verre de 20 × 20 × 0,4 cm, 2 de 20 × 5 × 0,4 cm et 1 micro-seringue de 0,1 ml;
2. bécher de 50 ml;
3. filtres poreux, porosité 3, diamètre 15 mm;
4. ballon de 100 ml;
5. éprouvette de centrifugeuse à fond conique de 10 ml, munie d'un bouchon rodé;
6. pipettes graduées de 1 ml;
7. appareil de chromatographie en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme avec un injecteur en argent ou en verre ou système d'injection directe sur la colonne et relié à un enregistreur;
8. colonne de chromatographie en phase gazeuse, en verre ou en acier inoxydable en U ou spiralée, de 1 à 2 m de long et de 3 à 4 mm de diamètre intérieur — phase stationnaire de gomme de silicone (type méthyl) stable jusqu'à au moins 300 °C, imprégnant au taux de 2 à 4 % une terre de diatomée calcinée, lavée aux acides et silanisée, de granulométrie 80/100 ou 100/120 mesh;

   Rémarque: Certains types d'acier inoxydable pouvant provoquer des résultats erronés par détérioration des stérols, le verre est recommandé.
9. micro-seringue pouvant fournir des doses atteignant 5 ou 10 µl.

Réactifs:

1. chloroforme pour chromatographie;
2. benzène pour chromatographie;
3. gel de silice (par exemple Kieselgel G);
4. solution de référence pour la chromatographie sur plaque constituée de cholestérol à 5 % dans le chloroforme;
5. acétone pour chromatographie;
6. solution à 0,1 % dans l'alcool éthylique absolu, de sel sodique de 2' 7'- dichlorofluorescéine;
7. solution pour le test de sensibilité: 1 mg de cholestérol dans 1 ml de n-pentane;
8. solution pour le test de la résolution des pics: 0,9 mg de phytostérols d'huile de colza et 0,1 mg de cholestérol dans 1 ml de n-pentane. Les stérols doivent être fraîchement préparés selon le procédé décrit dans le point A du mode opératoire;
9. solution pour le test de référence: 1 mg de phytostérols d'huile de tournesol dans 1 ml de n-pentane, fraîchement préparés comme cela est décrit dans le point A du mode opératoire.

Préparation des plaques pour chromatographie:

Placer dans l'ordre, sur l'étaleur, une plaque 20 × 5 × 0,4 cm, quatre plaques 20 × 20 × 0,4 cm et une plaque 20 × 5 × 0,4 cm.

Dans un ballon de 500 ml à col large, placer 40 g de gel de silice et environ 80 ml d'eau. Agiter avec une baguette en verre, éventuellement avec un agitateur mécanique en verre jusqu'à obtention d'une suspension homogène.

Eliminer les gaz éventuels en faisant le vide à l'aide d'une trompe à eau pendant une minute au moins. Porter ensuite la suspension sur l'étaleur tout en réglant l'épaisseur à 0,5 mm et recouvrir uniformément les plaques.

Laisser sécher les plaques à l'air pendant 15 minutes environ et sécher ensuite dans une étuve à 105 °C pendant 2 heures. Conserver les plaques ainsi préparées dans un dessiccateur sous vide.

MODE OPÉRATOIRE

A. Séparation de la fraction stérolique par chromatographie sur couche mince

Introduire dans la cuve de développement le mélange benzène/acétone 95:5 (v/v) jusqu'à hauteur d'un cm environ; fermer à l'aide du couvercle et laisser reposer pendant 3 heures au moins de façon que l'équilibre liquide/vapeur s'établisse. Il est également conseillé de fixer sur les surfaces intérieures de la chambre des bandes de papier filtre qui plongent dans l'éluant. Cette précaution offre l'avantage de réduire d'un tiers environ la durée de migration du front du liquide et de faire éluer les composants de façon plus uniforme.

Préparer entre-temps une solution à 5 % d'insaponifiable extrait à l'éther de pétrole dans le chloroforme. Prélever 0,3 ml environ de cette solution et la déposer à l'aide de la micro-seringue de 0,1 ml sur la plaque chromatographique à 1,5 cm environ du bord inférieur, en bande continue et uniforme de façon à obtenir une ligne de départ la plus mince possible.

Selon la technique habituelle, déposer à une extrémité de la plaque quelques µl de la solution de référence contenant du cholestérol afin d'identifier le Rf de la fraction stérolique.

Placer la plaque dans la cuve de développement préparée comme indiqué ci-dessus. La température ambiante doit être de 20 °C environ.

Fermer avec le couvercle et développer jusqu'à ce que le front du solvant soit arrivé à 1 cm environ du bord supérieur de la plaque.

Retirer la plaque de la chambre de développement et laisser évaporer le solvant dans un courant d'air chaud.

Révéler en vaporisant uniformément et avec précaution la solution alcoolique de sel sodique de la 2',7'-dichlorofluorescéine sur la plaque. En examinant la plaque à l'ultraviolet, on détermine la position des stérols grâce à l'alignement avec la tache de cholestérol provenant de la solution de référence.

Récupérer en grattant à l'aide d'une spatule métallique la bande des stérols.

Introduire le gel de silice séparé dans un bécher de 50 ml avec 15 ml de chloroforme chaud, agiter et transférer la totalité de gel de silice sur le filtre poreux et filtrer. Laver trois fois le filtre chaque fois avec une portion de 15 ml de chloroforme chaud, tout en recueillant le filtrat dans un ballon de 100 ml.

Évaporer la solution chloroformique jusqu'à 4 à 5 ml et la verser dans l'éprouvette pour centrifugeuse munie d'un bouchon rodé, taré au préalable. Porter à sec en évaporant le solvant par un léger réchauffement dans un courant d'azote et peser la fraction stérolique ainsi obtenue, la reprendre dans 2 ml de chloroforme.

B. Analyse chromatographique en phase gazeuse des stérols

1. *Conditions de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse*

Température de la colonne: 220 à 250 °C.

Température du système d'injection s'il est chauffé séparément: 20 à 40 °C au-dessus de la température de la colonne. Débit de l'azote: 30 à 60 ml/min. Déconnecter le détecteur et équilibrer les nouvelles colonnes dans ces conditions pendant 16 à 24 heures. Connecter

le détecteur, allumer la flamme et régler les débits d'hydrogène, d'oxygène ou d'air de façon à obtenir une hauteur de flamme et une sensibilité convenables. Mettre en marche l'enregistreur et laisser se dérouler le papier à une vitesse appropriée; ajuster le zéro et l'atténuateur. Si la ligne de base est stable, l'appareil est prêt à être utilisé.

2. *Test de sensibilité*

Injecter 3 à 5 µl de la solution du test de sensibilité (7). Un pic de cholestérol doit seul apparaître sur le chromatogramme.

Régler l'atténuateur de façon à utiliser approximativement toute l'échelle de l'enregistreur.

3. *Test de résolution des pics*

Injecter 3 à 5 µl de la solution du test de résolution (8). Les pics de cholestérol, de brassicastérol, de campestérol et de β-sitostérol doivent apparaître sur le chromatogramme. Mesurer les distances de rétention (distance du point d'injection au point de hauteur maximum du pic) des pics, d_{CH} pour le cholestérol, d_B pour le brassicastérol, d_C pour le campestérol et d_S pour le β-sitostérol et les largeurs à la base des pics (longueur de rétention entre les intersections avec la ligne de base des tangentes aux points d'inflexion situés sur les côtés avant et arrière du pic), w_{CH} pour le cholestérol et w_B pour le brassicastérol.

La résolution des pics, exprimée par la formule:

$$PR = 2 (d_B - d_{CH}) / (w_B + w_{CH})$$

doit être égale au moins à 1.

Calculer les temps de rétention relatifs (cholestérol = 1,00) pour le brassicastérol, le campestérol et le β-sitostérol.

4. *Test de référence*

Injecter 3 à 5 µl de la solution du test de référence (9). Les pics de campestérol, de stigmastérol, de β-sitostérol et Δ 7 stigmastérol doivent apparaître sur le chromatogramme.

Mesurer les distances de rétention des pics, d_C pour le campestérol, d_{ST} pour le stigmastérol, d_S pour le β-sitostérol et $d_{ST} - 7$ pour le Δ 7 stigmastérol.

Calculer les temps de rétention relatifs qui sont approximativement:

Cholestérol	1,00 (environ 15 minutes)
Brassicastérol	1,13—1,15
Campestérol	1,32—1,34
Stigmastérol	1,44—1,46
β-sitostérol	1,66—1,68
Δ 7 Stigmastérol	1,88—1,92

5. *Analyse*

Injecter 3 à 5 µl de la solution à analyser et enregistrer le chromatogramme.

C. Expression des résultats

Pour l'interprétation de la composition de la fraction stérolique analysée, il ne faut pas relever des pics ayant des temps de rétention différents de ceux déterminés expérimentalement pour les 6 stérols susmentionnés.

La teneur en % en β-sitostérol est donnée par la formule:

$$\frac{\text{Aire du pic du β-sitostérol}}{\text{Somme des aires des six pics de stérols}} \times 100$$

ANNEXE III

NOTES COMPLÉMENTAIRES

1. Pour l'application du nº 15.07:

A. Les huiles végétales fixes, fluides ou concrètes, obtenues par pression sont considérées comme « brutes » si elles n'ont pas subi d'autres traitements que:

— la décantation dans les délais normaux;

— la centrifugation ou la filtration, à condition que pour séparer l'huile de ses constituants solides on n'ait recours qu'à la « force mécanique », comme la pesanteur, la pression ou la force centrifuge, à l'exclusion de tout procédé de filtration par absorption et de tout autre procédé physique ou chimique.

B. Les huiles végétales fixes, fluides ou concrètes, obtenues par extraction restent considérées comme « brutes » lorsqu'elles ne se distinguent ni par la couleur, l'odeur ou le goût, ni par des propriétés spéciales analytiques reconnues, des huiles et graisses végétales obtenues par pression.

C. Sont considérées également comme « huiles brutes », l'huile de soja dégommée et l'huile de coton débarrassée du gossypol.

2. A. Est seule considérée comme huile d'olive, au sens de la sous-position 15.07 A, l'huile provenant exclusivement du traitement des olives, à l'exclusion de l'huile d'olive réestérifiée et de tout mélange d'huile d'olive avec des huiles d'une autre nature.

B. Relève de la sous-position 15.07 A I a), l'huile d'olive présentant les caractéristiques suivantes:

a) une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, de 3 % au maximum;

b) un coefficient d'extinction K_{270} (absorbance sous une épaisseur de 1 cm d'une solution à 1 g d'huile pour 100 ml dans l'isooctane (2,2,4 triméthylpentane pour la longueur d'onde de 270 nm), supérieur à 0,25 et non supérieur à 1,10 et, après traitement de l'échantillon d'huile sur alumine activée, supérieur à 0,11;

c) une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm, supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16.

Cette variation est définie par:

$$\Delta K = K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$$

K_m désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nm.

K_{m-4} et K_{m+4} désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieures et supérieures de 4 nm à celle de K_m.

d) absence de réaction positive de l'huile de grignons.

C. Relève de la sous-position 15.07 A I b) l'huile d'olive qui présente:

a) soit les caractéristiques visées au point 2 B sous a) à c) et une réaction positive de l'huile de grignons;

b) soit les caractéristiques visées au point 2 B sous a) et un coefficient d'extinction K_{270} supérieur à 1,10 et non supérieur à 2,00, ainsi qu'une variation du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm non supérieur à 0,20.

D. Est considérée comme « huile d'olive vierge », l'huile d'olive naturelle obtenue uniquement par des procédés mécaniques, y compris la pression, à l'exclusion de tout mélange avec de l'huile d'olive obtenue de façons différentes.

3. Sont exclus de la sous-position 15.17 A :

   a) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode, déterminé selon la méthode de Wijs, sans catalyseur, est inférieur à 70 ou supérieur à 100 ;

   b) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode est compris entre 70 et 100 mais dont la surface du pic ayant le volume de rétention du bêta-sitostérol, déterminée conformément aux dispositions reprises à l'annexe II du règlement visé à la note complémentaire 4 ci-dessus, représente moins de 93 % de la surface totale des pics des stérols.

4. Les méthodes d'analyse pour la détermination des caractéristiques des produits visés ci-dessus sont celles prévues respectivement aux annexes I et II du règlement (CEE) n° 618/72.